

# PROCESS FOR TREATING MUSTARD SEEDS, USE OF THE THUS TREATED MUSTARD SEEDS AND MUSTARD CONDIMENT PASTE MADE FROM SUCH SEEDS

**Patent number:** WO9638056

**Publication date:** 1996-12-05

**Inventor:** LOUVRIER PHILIPPE (FR)

**Applicant:** EUROP DE CONDIMENTS (FR); LOUVRIER PHILIPPE (FR)

**Classification:**

- **international:** A23L1/225

- **european:** A23L1/025C, A23L1/211F, A23L1/225

**Application number:** WO1996FR00749 19960520

**Priority number(s):** FR19950006307 19950529

**Also published as:**

EP0773724 (A1)  
 FR2734689 (A1)

**Cited documents:**

DE3721762  
 US4496598  
 JP5244894  
 JP59071661

Abstract not available for WO9638056

Abstract of correspondent: **FR2734689**

The disclosed process is characterised in that mustard seeds are exposed to micro-waves in conditions that inhibit or alter enzymes responsible for allyl isothiocyanate degradation in mustard condiment pastes. At the same time, exposure to micro-waves causes the capacity of mustard seeds to germinate to be considerably slowed down or inhibited.

---

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide



## DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIEE EN VERTU DU TRAITE DE COOPERATION EN MATERIE DE BREVETS (PCT)

(51) Classification internationale des brevets <sup>6</sup> :  A23L 1/225		A1	(11) Numéro de publication internationale: <b>WO 96/38056</b>  (43) Date de publication internationale: 5 décembre 1996 (05.12.96)
<p>(21) Numéro de la demande internationale: PCT/FR96/00749</p> <p>(22) Date de dépôt international: 20 mai 1996 (20.05.96)</p> <p>(30) Données relatives à la priorité: 95/06307 29 mai 1995 (29.05.95) FR</p> <p>(71) Déposant (<i>pour tous les Etats désignés sauf US</i>): EU-ROPEENNE DE CONDIMENTS [FR/FR]; Zone Industrielle, 7, rue Jean-Moulin, Boîte postale 49, F-21160 Couhey (FR).</p> <p>(72) Inventeur; et</p> <p>(75) Inventeur/Déposant (<i>US seulement</i>): LOUVRIER, Philippe [FR/FR]; 8, rue du Colonel-Marchand, F-21000 Dijon (FR).</p> <p>(74) Mandataire: JOLLY, Jean-Pierre; Cabinet Jolly, 54, rue de Clichy, F-75009 Paris (FR).</p>		<p>(81) Etats désignés: CA, CN, JP, US, brevet européen (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE).</p> <p>Publiée <i>Avec rapport de recherche internationale.</i></p>	
<p>(54) Title: PROCESS FOR TREATING MUSTARD SEEDS, USE OF THE THUS TREATED MUSTARD SEEDS AND MUSTARD CONDIMENT PASTE MADE FROM SUCH SEEDS</p> <p>(54) Titre: PROCEDE DE TRAITEMENT DE GRAINES DE MOUTARDE, UTILISATION DES GRAINES AINSI TRAITÉES, ET MOUTARDE EN PATE FABRIQUEE A PARTIR DE CES GRAINES</p> <p>(57) Abstract</p> <p>The disclosed process is characterised in that mustard seeds are exposed to micro-waves in conditions that inhibit or alter enzymes responsible for allyl isothiocyanate degradation in mustard condiment pastes. At the same time, exposure to micro-waves causes the capacity of mustard seeds to germinate to be considerably slowed down or inhibited.</p> <p>(57) Abrégé</p> <p>Ce procédé est caractérisé en ce que l'on soumet les graines à un traitement par micro-ondes dans des conditions propres à inhiber ou à altérer les enzymes responsables de la dégradation de l'isothiocyanate d'allyle dans les pâtes de moutarde, ce traitement aux micro-ondes provoquant simultanément un ralentissement marqué ou une inhibition de l'aptitude à la germination des graines de moutarde traitées.</p>			

**UNIQUEMENT A TITRE D'INFORMATION**

Codes utilisés pour identifier les Etats parties au PCT, sur les pages de couverture des brochures publient des demandes internationales en vertu du PCT.

AT	Arménie	GB	Royaume-Uni	MW	Malawi
AT	Autriche	GE	Géorgie	MX	Mexique
AU	Australie	GN	Guinée	NE	Niger
BB	Barbade	GR	Grèce	NL	Pays-Bas
BE	Belgique	HU	Hongrie	NO	Norvège
BF	Burkina Faso	IE	Irlande	NZ	Nouvelle-Zélande
BG	Bulgarie	IT	Italie	PL	Pologne
BJ	Bénin	JP	Japon	PT	Portugal
BR	Brésil	KE	Kenya	RO	Roumanie
BY	Bélarus	KG	Kirghizistan	RU	Fédération de Russie
CA	Canada	KP	République populaire démocratique de Corée	SD	Soudan
CF	République centrafricaine	KR	République de Corée	SE	Suède
CG	Congo	KZ	Kazakhstan	SG	Singapour
CH	Suisse	LI	Liechtenstein	SI	Slovénie
CI	Côte d'Ivoire	LK	Sri Lanka	SK	Slovaquie
CM	Cameroun	LR	Libéria	SN	Sénégal
CN	Chine	LT	Lithuanie	SZ	Swaziland
CS	Tchécoslovaquie	LU	Luxembourg	TD	Tchad
CZ	République tchèque	LV	Lettonie	TG	Togo
DE	Allemagne	MC	Monaco	TJ	Tadjikistan
DK	Danemark	MD	République de Moldova	TT	Trinité-et-Tobago
EE	Estonie	MG	Madagascar	UA	Ukraine
ES	Espagne	ML	Mali	UG	Ouganda
FI	Finlande	MN	Mongolie	US	Etats-Unis d'Amérique
FR	France	MR	Mauritanie	UZ	Ouzbékistan
GA	Gabon			VN	Viet Nam

PROCEDE DE TRAITEMENT DE GRAINES DE MOUTARDE,  
UTILISATION DES GRAINES AINSI TRAITEES, ET MOUTARDE EN PATE  
FABRIQUEE A PARTIR DE CES GRAINES.

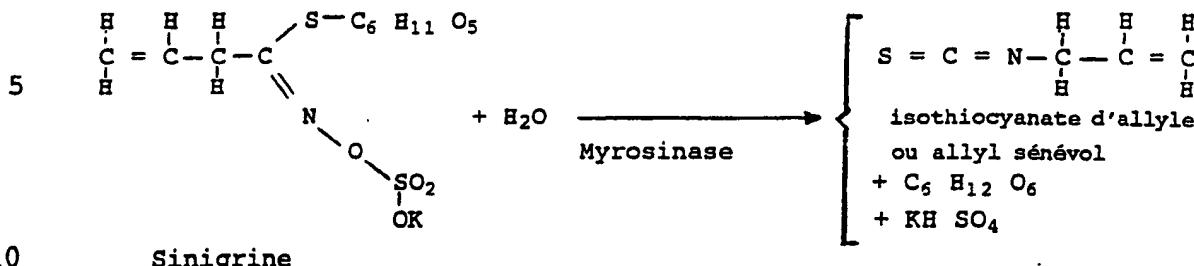
La présente invention concerne un procédé de traitement  
5 de graines de moutarde, préalablement à leur utilisation  
dans la fabrication industrielle de moutarde en pâte.  
L'invention concerne également l'utilisation des graines  
ainsi traitées pour la fabrication de moutarde en pâte.  
L'invention concerne enfin la moutarde en pâte préparée à  
10 partir de ces graines.

On sait que la moutarde en pâte est préparée à partir de  
graines de moutarde, notamment des espèces Brassica Juncea,  
Brassica Nigra et Sinapis Alba, utilisées séparément ou en  
divers mélanges. Ces graines, soigneusement triées de  
15 manière à ne conserver que des graines à maturité, sont  
mises à tremper dans un bain de verjus, qui, aujourd'hui,  
est constitué essentiellement de vinaigre ou d'un autre  
diluant tel que du vin blanc, de sel et d'eau, soit  
directement, soit après concassage. Le mélange est malaxé  
20 ensuite pendant un certain temps dans des cuves, avec,  
éventuellement, un apport d'anhydride sulfureux SO<sub>2</sub>.

Le mélange résultant incorporant la graine de moutarde,  
soit entière, soit concassée, est ensuite traité dans des  
broyeurs pour obtenir une pâte. L'amande de la graine de  
25 moutarde peut ensuite être séparée par tamisage (cas de la  
moutarde de Dijon) ou demeurer dans la pâte (cas de la  
moutarde en grains).

Le composé chimique qui donne à la moutarde sa saveur  
typique si caractéristique, est l'isothiocyanate d'allyle,  
30 dit encore allyl sénévol, qui résulte de la réaction, au  
contact de l'eau, d'un composé des graines de moutarde, la  
sinigrine, en présence d'un complexe enzymatique des  
graines, la myrosinase, dont il est admis qu'elle est  
composée de deux enzymes, une sulfatase et un thioglucidase.

La réaction chimique qui se produit est la suivante. :



10 Sinigrine

C'est la sulfatase de la myrosinase qui est responsable de la production de  $KHSO_4$ , tandis que c'est la thioglucidase qui provoque la libération du glucose  $C_6 H_{12} O_6$

L'isothiocyanate d'allyle se forme en quelques heures après le broyage des graines, mais il se dégrade rapidement, à température ambiante, sous l'action d'une désulfurase. La fraction d'isothiocyanate d'allyle qui se dégrade peut atteindre environ 50 % en trois mois, dans des conditions de conservation usuelles de la moutarde à la température ambiante, et il en résulte une perte importante de saveur de cette moutarde.

Les fabricants de moutarde ont donc cherché depuis de nombreuses années à remédier à cet inconvénient et à stabiliser dans le temps la teneur en isothiocyanate d'allyle. On a ainsi proposé, dans ce but :

- de traiter les graines de moutarde brunes ou noires à la vapeur dans un racleur à plaque ;

- de faire passer la moutarde fabriquée dans un échangeur à surface raclée, en vue de la pasteuriser ;

- de faire passer les graines de moutarde brunes ou noires dans un échangeur thermique à surface raclée, à différentes températures ;

- de procéder à une pasteurisation éclair de la graine de moutarde brune ou noire ;

- de broyer les graines dans des verjus chauffés à des températures différentes, de 60 à 80°C ;

- de procéder enfin au conditionnement à chaud de la moutarde à différentes températures.

Tous ces traitements se sont révélés insatisfaisants.

En effet, ceux appliqués à la graine de moutarde brune ou noire ont pour effet de détruire à partir d'un certain seuil la sinigrine ou la myrosinase présentes dans ces graines. Quant au traitement appliqué aux pâtes fraîchement fabriquées, ils accélèrent les réactions de dégradation et d'oxydation, ainsi que la réaction de MAILLARD, en détruisant même une partie de l'isothiocyanate d'allyle, qui est le constituant dont on cherche précisément à accroître la conservation.

La présente invention vise à remédier à ces inconvénients en proposant un procédé de traitement des graines de moutarde, préalablement à leur utilisation dans la fabrication de la pâte de moutarde, qui n'affecte pas les constituants présents dans ces graines, dont la réaction ultérieure conduit à la formation d'isothiocyanate d'allyle, et qui stabilise dans le temps la conservation de ce dernier constituant.

La Demanderesse a en effet établi qu'en traitant à l'aide de micro-ondes des graines de moutarde, dans des récipients adaptés aux fours à micro-ondes, dans des conditions suffisantes pour inhiber leur germination ou ralentir fortement celle-ci, les graines ainsi traitées conservent la même aptitude à la production d'isothiocyanate d'allyle que des graines non traitées et que la moutarde fabriquée ensuite à partir des graines ainsi traitées conserve sa teneur en isothiocyanate d'allyle et les qualités organoleptiques correspondantes, pendant une durée très supérieure à la normale et sans modification sensible dans le temps. Sans que ceci ait une incidence sur la brevetabilité de la présente invention, il semblerait donc qu'il y ait un lien entre l'inhibition de la germination des graines de moutarde due aux micro-ondes et l'altération ou l'inhibition des enzymes responsables de la dégradation de l'isothiocyanate d'allyle ou allyl sénévol.

L'invention a par conséquent pour objet un procédé de traitement de graines de moutarde préalablement à leur

utilisation dans la fabrication de pâte de moutarde, ce procédé étant caractérisé en ce que l'on soumet ces graines à un traitement par micro-ondes dans des conditions propres à inhiber ou à altérer les enzymes responsables de la dégradation de l'isothiocyanate d'allyle dans les pâtes de moutarde, ce traitement aux micro-ondes provoquant simultanément un ralentissement marqué ou une inhibition de l'aptitude à la germination des graines de moutarde traitées.

L'invention a également pour objet l'utilisation des graines ainsi traitées pour la fabrication de moutarde en pâte par des procédés d'un type connu en soi.

L'invention a enfin pour objet la moutarde en pâte préparée à partir de graines de moutarde ainsi traitées.

Pour de très petites quantités de graines de moutarde, le traitement des graines par micro-ondes pourra s'effectuer dans des fours à micro-ondes d'un type usuel, par exemple dans un four d'une puissance comprise entre 400 et 800 watts, pendant une durée d'environ 80 à 120 secondes, en maintenant les graines traitées à une distance comprise entre 15 et 25 cm du générateur de micro-ondes.

Dans une mise en oeuvre industrielle du procédé conforme à l'invention, les graines à traiter circuleront en continu sur un convoyeur à l'intérieur d'un tunnel à micro-ondes.

L'exemple comparatif suivant illustre la mise en oeuvre et les avantages de l'invention.

#### EXEMPLE

On prépare dans des conditions similaires deux moutardes en pâte à partir de graines de moutarde respectivement traitées par le procédé conforme à l'invention, et non traitées par ce procédé.

Le traitement des graines consiste à exposer celles-ci à des micro-ondes dans un four de type ménager, d'une puissance de 600 watts, pendant une durée de 110 secondes.

Les moutardes sont ensuite préparées respectivement à partir de ces graines et à partir des graines non traitées dans les conditions suivantes: les graines ont été broyées à

sec, puis mélangées à du verjus à raison de 34 % de graine pour 66 % de verjus sans adjonction d'additif. La moutarde en grains ainsi obtenue est conditionnée dans des bocaux à fermeture désignée par l'appellation Twist Off, qui sont placés dans une étuve à 25° C, pour accélérer la réaction.

On constate que, le jour de la fabrication, la quantité d'isothiocyanate d'allyle présente dans les deux types de moutarde est identique (0,215 % en poids), ce qui indique que la sinigrine et la myrosinase présentes dans les graines n'ont pas été sensiblement affectées par le traitement aux micro-ondes.

Au bout d'environ un mois, on compare la teneur en isothiocyanate d'allyle des deux types de moutardes conservées à l'étuve à 25 °C. Les teneurs relevées sont les suivantes (% en poids) :

- moutarde préparée à partir des graines traitées : 0, 180 %,
- moutarde préparée à partir de graines non traitées : 0, 125 %.

Ces résultats illustrent donc clairement les avantages procurés par le pré-traitement conforme à l'invention des graines de moutarde et l'accroissement extrêmement sensible de la conservation de l'isothiocyanate d'allyle présent dans la moutarde préparée à partir des graines ainsi traitées.

## REVENDICATIONS

1. Procédé de traitement de graines de moutarde préalablement à leur utilisation dans la fabrication de pâte de moutarde, ce procédé étant caractérisé en ce que l'on 5 soumet ces graines à un traitement par micro-ondes dans des conditions propres à inhiber ou à altérer les enzymes responsables de la dégradation de l'isothiocyanate d'allyle dans les pâtes de moutarde, ce traitement aux micro-ondes provoquant simultanément un ralentissement marqué ou une 10 inhibition de l'aptitude à la germination des graines de moutarde traitées.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que les graines de moutarde sont traitées pendant une durée de 80 à 120 secondes, par un générateur de micro-ondes d'une 15 puissance comprise entre 400 et 800 watts, en étant maintenues à une distance comprise entre 15 et 25 cm du générateur.

3. Procédé selon l'une des revendications 1 et 2, caractérisé en ce que les graines de moutarde sont entraînées en continu au-dessous du générateur de micro-ondes. 20

4. Utilisation des graines de moutarde traitées par un procédé selon l'une des revendications 1 à 3, pour la préparation de pâte de moutarde par un procédé d'un type connu en soi. 25

5. Moutarde en pâte préparée à partir de graines de moutarde traitées par un procédé selon l'une des revendications 1 à 3.

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No  
PCT/EP 96/00749

**A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER**  
IPC 6 A23L1/225

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

**B. FIELDS SEARCHED**

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)  
IPC 6 A23L

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

**C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT**

Category	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	DE,A,37 21 762 (BURKHARD AHLERT) 21 July 1988 see claims 1-13 ---	1,3-5
A	FOOD SCIENCE AND TECHNOLOGY ABSTRACTS AN = 83(12):T0724 International Food Information Service Berkshire, Reading, GB. XP002010467 & CANADIAN INSTITUTE OF FOOD SCIENCE AND TECHNOLOGY JOURNAL, vol. 16, no. 1, 1983, pages 68-75, see abstract ---	1,4,5
A	US,A,4 496 598 (SHIRO SAKAI ET AL.) 29 January 1985 see abstract ---	-/-

Further documents are listed in the continuation of box C.

Patent family members are listed in annex.

\* Special categories of cited documents :

- "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- "E" earlier document but published on or after the international filing date
- "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
- "&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

8 August 1996

Date of mailing of the international search report

29.08.96

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentstaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+ 31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax: (+ 31-70) 340-3016

Authorized officer

Alvarez Alvarez, C

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Inter  
nal Application No  
PCT/EP 96/00749

## C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	<p>DATABASE WPI Week 9343 Derwent Publications Ltd., London, GB; AN 93-338878 XP002010468 &amp; JP,A,05 244 894 (LION CORP.) , 24 September 1993 see abstract</p> <p>---</p>	
A	<p>DATABASE WPI Week 8422 Derwent Publications Ltd., London, GB; AN 84-137595 XP002010469 &amp; JP,A,59 071 661 (KINJIRUSHI WASABI K.) , 23 April 1984 see abstract</p> <p>-----</p>	

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**

Information on patent family members

International Application No  
PCT/EP 96/00749

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)		Publication date
DE-A-3721762	21-07-88	NONE		
US-A-4496598	29-01-85	JP-C-	1227667	19-09-84
		JP-B-	58051754	18-11-83
		JP-A-	58060969	11-04-83

# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Dem: Internationale No  
PCT/EP 96/00749

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE  
CIB 6 A23L1/225

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

## B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)

CIB 6 A23L

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si cela est réalisable, termes de recherche utilisés)

## C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	DE,A,37 21 762 (BURKHARD AHLERT) 21 Juillet 1988 voir revendications 1-13 ---	1,3-5
A	FOOD SCIENCE AND TECHNOLOGY ABSTRACTS AN = 83(12):T0724 International Food Information Service Berkshire, Reading, GB. XP002010467 & CANADIAN INSTITUTE OF FOOD SCIENCE AND TECHNOLOGY JOURNAL, vol. 16, no. 1, 1983, pages 68-75, voir abrégé ---	1,4,5
A	US,A,4 496 598 (SHIRO SAKAI ET AL.) 29 Janvier 1985 voir abrégé ---	-/-

Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

### \* Catégories spéciales de documents cités:

- "A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent
- "E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date
- "L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)
- "O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens
- "P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

- "T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention
- "X" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément
- "Y" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier
- "&" document qui fait partie de la même famille de brevets

1

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

8 Août 1996

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

29.08.96

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale  
Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentdaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+ 31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl  
Fax: (+ 31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

Alvarez Alvarez, C

**RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE**Dem Internationale No  
PCT/FR 96/00749

## C(suite) DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	<p>DATABASE WPI Week 9343 Derwent Publications Ltd., London, GB; AN 93-338878 XP002010468 &amp; JP,A,05 244 894 (LION CORP.) , 24 Septembre 1993 voir abrégé</p> <p>---</p>	
A	<p>DATABASE WPI Week 8422 Derwent Publications Ltd., London, GB; AN 84-137595 XP002010469 &amp; JP,A,59 071 661 (KINJIRUSHI WASABI K.) , 23 Avril 1984 voir abrégé</p> <p>-----</p>	

**RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE**

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Dem Internationale No  
PCT/EP 96/00749

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)			Date de publication
DE-A-3721762	21-07-88	AUCUN			
US-A-4496598	29-01-85	JP-C- 1227667	19-09-84		
		JP-B- 58051754	18-11-83		
		JP-A- 58060969	11-04-83		